

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A) 平2-104515

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑬ 公開 平成2年(1990)4月17日

A 61 K 7/09

8314-4C

審査請求 未請求 請求項の数 15 (全9頁)

⑭ 発明の名称 N-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアルキルアミドおよび髪の毛の永続的変形法における還元剤としてのその使用

⑮ 特 願 平1-202284

⑯ 出 願 平1(1989)8月3日

優先権主張 ⑰1988年8月4日⑱ルクセンブルグ(LU)⑲87310

⑳ 発 明 者 ジャン メーニヤン フランス国 93290 トランブレイク レ ゴネス リュー
アレヴィ 8

㉑ 発 明 者 ジェラルール ラング フランス国 95210 サン グラティアン アベニュー
ラクール 44

㉒ 発 明 者 ジェラルール マレ フランス国 77580 ヴイリエール スユール モーラン
グランド リュー 18

㉓ 出 願 人 ロ レ ア ル フランス国 75008 パリ リュー ロワイアル 14

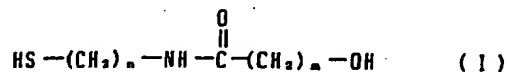
㉔ 代 理 人 弁理士 中 村 稔 外7名

明 細 書

1. 発明の名称 N-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアルキルアミド
および髪の毛の永続的変形法に
おける還元剤としてのその使用

2. 特許請求の範囲

(1) 以下の一般式(1)：



ここで、nは2または3であり、mは2～5である、

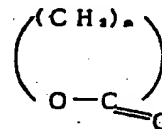
に対応するN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアルキルアミドおよびこれに対応するジスルフィド。

(2) nが2であり、かつmが3または4である請求項(1)記載の化合物。

(3) 該化合物が4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-ブチルアミド；3-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-プロピオ

ンアミド；5-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-パレロアミド；4-ヒドロキシ-N-(3-メルカプトプロピル)-ブチルアミド；(4-ヒドロキシ-N-(3-メルカプトプロピル)-ブチルアミド；) 6-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-カブロンアミド；および6-ヒドロキシ-N-(3-メルカプトプロピル)-カブロンアミドである請求項(1)または(2)記載の化合物。

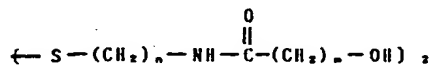
(4) 式： $\text{HS}-(\text{CH}_2)_n-\text{NH}_2$ のメルカプトアルキルアミンと式：



のラクトン(ここでnは2または3であり、mは2～5である)とを反応させ、該反応を溶媒の存在下または不在下で20～110℃の範囲の温度にて行うことを特徴とする請求項(1)～(3)に記載のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒ

ドロキシアルキルアミドの製造方法。

- (5) 該反応をメタノール、エタノール、イソプロパノールおよびブタノールからなる群から選ばれるアルコールの存在下で行う請求項(4)記載の方法。
- (6) 該メルカプトアルキルアミンが2-メルカプトエチルアミンまたは3-メルカプトプロピルアミンである請求項(4)または(5)記載の方法。
- (7) 該ラクトンがβ-プロピオノラクトン、γ-ブチロラクトン、バレロラクトンまたはカプロラクトンである請求項(4)または(5)記載の方法。
- (8) 以下の一般式：



(ただし、nおよびmは請求項(1)に定義した通りである)、で示されるジスルフィド形状にある請求項(1)記載の化合物。

- (9) 該化合物がビス(N-エチル-4-ヒドロキシブチルアミン)ジスルフィド；ビス(N-エ

チル-5-ヒドロキシバレロアミド)ジスルフィド；ビス(N-エチル-6-ヒドロキシカプロンアミド)ジスルフィド；ビス(N-エチル-3-ヒドロキシプロピオンアミド)ジスルフィド；ビス(N-プロピル-4-ヒドロキシブチルアミド)ジスルフィド；およびビス(N-プロピル-6-ヒドロキシカプロンアミド)ジスルフィドである請求項(8)記載の化合物。

00 適当な化粧料用ビシクル中に、還元剤として請求項(1)～(3)のいずれか1項に記載の式(1)で示されるあるいは請求項(4)～(7)のいずれか1項に従って得られる少なくとも1種のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアルキルアミドを含むことを特徴とする髪の毛の永続的変形操作の初期段階で用いるための化粧料還元剤組成物。

00 該還元剤が該組成物全重量の2～20重量%、好ましくは5～10重量%の濃度で存在する請求項00記載の組成物。

02 pHが6.5～10の範囲内にある請求項00また

は00記載の組成物。

- 03 更に、少なくとも1種のカチオン性ポリマー、鎮痛剤、タンパク水解物、ワックス、乳白剤、香料、着色剤、非イオン性またはカチオン性界面活性剤、治療剤または浸透剤をも含む請求項00～02のいずれか1項記載の組成物。
- 04 第1段階として還元剤組成物を適用してケラチンのジスルフィド結合を還元し、次いで第2段階として酸化剤組成物を適用することにより該結合を再形成する工程を含む髪の毛の永続的変形方法であって、該還元段階を請求項00～03のいずれか1項に記載のような化粧用還元剤組成物によって実施することを特徴とする上記方法。
- 09 該還元剤組成物を5～60分間反応させることを特徴とする請求項04記載の方法。

3.発明の詳細な説明

(産業上の利用分野)

本発明は新規なN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアルキルアミドおよびその還元剤としての、髪の毛の永続的変形法における使用に関するものである。

(従来の技術)

毛髪の変形を行うための技術は、第1段階として還元剤を含む組成物によってケラチン(シスチン)のジスルフィド結合を開裂し(還元段階)、次いで好ましくは毛髪をすすいだ後に、第2段階として張力を与えた毛髪に酸化剤組成物を適用して上記ジスルフィド結合を再構成させ(酸化段階；固定とも呼ばれる)、求める形状を毛髪に与えることからなっている。この方法は区別なしに毛髪にウェーブを与え、カールをとりあるいは縮れを戻すことを可能とする。

パーマメント作業の第1段階で用いるための組成物は、一般にローション、クリーム、ゲルあるいは液状担体中に希釈された粉末として存在し、

かつ還元剤として、好ましくはメルカプタンを含んでいる。

該還元剤（メルカプタン）の中で、一般に使用されているものはチオグリコール酸およびチオ乳酸またはこれらの酸の混合物並びにそのエステル、例えばグリセロールまたはグリコールのモノチオグリコレートである。

これらの還元剤はケラチンのジスルフィド結合を還元するのに有効であり、とりわけチオグリコールはパーマメント用の標準物質と考えることができ、かつ約50%の還元率を与える。

しかし、これらの還元剤は悪臭を放つ限りにおいて欠点を有し、この硫黄含有化合物特有の臭いはパーマメント作業を受ける人々ばかりかこれを実施する人々をして、該作業をしばしば苦痛なものとする。

この欠点を緩和するために、一般にこの臭いを隠べいすることを可能とする香料が使われている。

更に、臭いのない新規還元剤を求めて研究が行われている。即ち、特開昭61-260058号

には、N-メルカプトアルキルグルコンアミドの使用が提案されており、これは水溶性で、低揮発性でしかも実際に無臭の化合物である。

このN-メルカプトアルキルグルコンアミドはS-グルコノラクトンとアミノアルカンチオールとの反応により得られる。

この新規還元剤は上記公知の還元剤の諸欠点を克服することを可能とするが、特にチオグリコール酸よりも還元特性の点で劣っている。

(発明が解決しようとする課題)

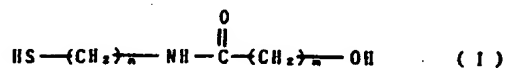
本発明の目的は新規なN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアアルキルアミドの提供および毛髪のパーマメントにおけるその還元剤としての利用にある。

(課題を解決するための手段)

全く驚くべきことに、新規なメルカプトアルキルアミド、特にN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアアルキルアミドを用いることにより、上記の様々な還元剤の呈する諸欠点を克服できることを見出した。

本発明のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアアルキルアミドはチオグリコール酸に全く匹敵する優れた還元特性をもつばかりでなく、無臭である。

新規な工業製品としての本発明の化合物は、以下の一般式(1)で示される水溶性のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアアルキルアミドである。



ここで、nは2または3であり、かつmは2~5である。

本発明の好ましい態様によればnは2であり、かつmは3または4である。

上記式(1)のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアアルキルアミドのうち、特に以下のものを例示できる。

4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-ブチルアミド

3-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-プロピオンアミド

5-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-バレンアミド

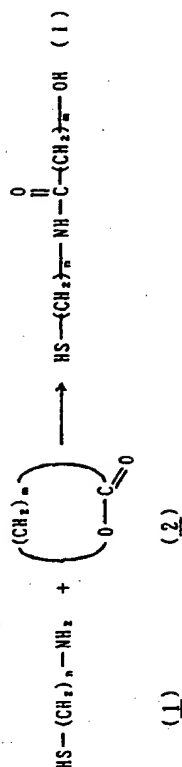
4-ヒドロキシ-N-(3-メルカプトプロピル)-ブチルアミド

6-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-カプロンアミドおよび

6-ヒドロキシ-N-(3-メルカプトプロピル)-カプロンアミド

これらのうち、特に4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-ブチルアミドが好ましい。

本発明は、また本発明によるメルカプトアルキルアミド(の製法を提供することをも目的とし、この方法は以下の反応式に従ってメルカプトアルキルアミン(1)とラクトン(2)とを反応させることからなる。



い場合、過剰のメルカプトアルキルアミンを用いることが有利であり、これは反応終了時にスルホン酸樹脂を通して該混合物を濾過することにより除去される。

反応中にある量のチオールが対応するジスルフィドに酸化される場合、反応混合物を2倍量の水で希釈し、スルホン酸樹脂と垂鉛末との混合物の存在下で3～10時間攪拌する。

ジスルフィドの大部分が還元されたら、反応混合物を濾過し、かくして直接使用できる目的化合物の溶液が得られる。

本発明の好ましい一方法によれば、メルカプトアルキルアミンは原料として塩酸塩として使用でき、遊離アミンはトリエタノールアミンにより遊離される。この場合、反応終了後に目的化合物は等量のトリエタノールアミン塩酸塩と共に得られ、その存在は本発明のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアシルアミドの性質を変えない。

システアミンの昇華の問題を排除するオートク

使用するメルカプトアルキルアミン(1)は、例えば2-メルカプトエチルアミンまたはシステアミン(n=2)あるいは3-メルカプトプロピルアミン(n=3)である。

該ラクトン(2)は、例えばβ-プロピオノラクトン(m=2)、γ-ブチロラクトン(m=3)、バレロラクトン(m=4)またはカプロラクトン(m=5)である。

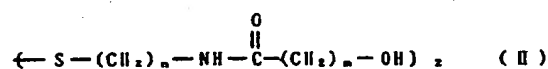
ラクトンの開裂反応は、一般にアルコール、例えばメタノール、エタノール、イソプロパノールまたはブタノール中で不活性雰囲気下で行われ、該反応は該アルコールの沸点、即ち20～110℃の範囲の温度にて実施される。

反応時間は、一般に長く、溶媒を用いないことが有利である場合、メルカプトアルキルアミンとラクトンとを化学量論比で混合することが有利である場合、該混合物を20～80℃とすることが有利である場合には、数日を要してもよい。

この反応の進行は未反応メルカプトアルキルアミンの量により追跡される。反応時間が著しく長

レーブ内で操作することが有利である

本発明は、また恐らく以下の一般式(II)：



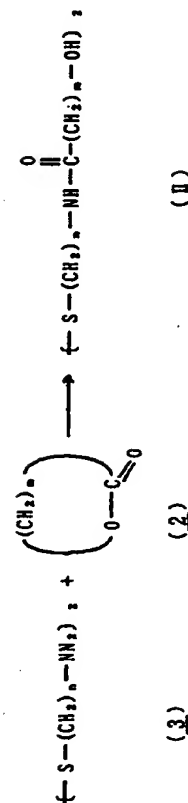
(但し、nおよびmは上記式(1)で与えたものと同義である)で示される、上記式(1)の化合物の、工業製品としての新規なジスルフィドをも目的とする。

ジスルフィドは“自己-中和剤”と呼ばれる組成物において、即ち例えば上記式(1)のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアシルアミドなどのチオールと、モル百分率で0.5～2.5、好ましくは1～2で組合せる際に利用される(米国特許第3,768,490号参照)。

本発明の式(II)のジスルフィドは例えば空気、あるいは場合により鉄イオンの存在下で、例えば過酸化水素水を用いることにより、式(1)の化合物を酸化することにより得られる。

同様に、式(3)のジスルフィドと式(2)の

ラクトンとを、以下の反応式に従って反応させることにより得ることもできる。



上記式 (II) のジスルフィドのうち、特に以下のものを例示できる。

ビス (N-エチル-4-ヒドロキシブチルアミド) ジスルフィド

ビス (N-エチル-5-ヒドロキシパレロアミド) ジスルフィド

ビス (N-エチル-6-ヒドロキシカプロンアミド) ジスルフィド

ビス (N-エチル-3-ヒドロキシプロピオンアミド) ジスルフィド

ビス (N-プロピル-4-ヒドロキシブチルアミド) ジスルフィドおよび

ビス (N-プロピル-6-ヒドロキシカプロンアミド) ジスルフィド。

本発明は、また毛髪の永続的変形作業の第1段階で用いる還元組成物にも関し、該組成物は適当な化粧品用ビヒクル内に、還元剤として上記の如き式 (I) のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアルキルアミドを少なくとも1種含む。

好ましくは、この還元剤は、本発明の組成物中

に、該還元組成物全重量の2~20重量%、好ましくは5~10重量%の濃度で存在する。

この組成物のpHは一般に6.5~10の範囲内にあり、これは例えばアンモニア、モノエタノールアミン、ジエタノールアミン、トリエタノールアミン、アルカリ金属またはアンモニウムの炭酸塩または重炭酸塩などのアルカリ試薬によって達成できる。

この還元組成物は、また種々の成分、例えばフランス特許第79.32078号および同第80.26421号記載の組成物で用いられているようなカチオン性ポリマーあるいは更にフランス特許第82.17364号記載の組成物で使用されているようなイオン型のカチオンポリマー、鎮痛剤および特にラノリンの4級アンモニウム誘導体、タンパク質の水解物、ワックス、乳白剤、香料、着色料、非イオン性またはカチオン性界面活性、治療剤あるいは更に尿素、ピロリドンまたはチアモルホリノンなどの浸透剤などを含むことができる。

本発明の還元組成物は発熱型、即ち毛髪に適用

した場合に熱を生ずるものであってもよく、パーマメントの第1段階あるいはカールを除く作業を受ける人々に快適さをもたらす。

本発明の組成物のビヒクルは、好ましくは水または低級アルコール、例えばエタノール、イソプロパノールまたはブタノールなどの水性アルコールである。

これら組成物が毛髪のカールとりまたは縮れとり作業に用いられる場合、該還元組成物は毛髪をできるだけまっすぐに保つように、クリーム状であることが好ましい。このクリームは、“重質”のエマルジョンとして、グリセリルステアレート、グリコールステアレート、自己乳化性ワックス、脂肪族アルコールなどを主成分として得られる。同様に、適用時間中毛髪を結合し、かつ髪の直線性を保つためのカルボキシビニルポリマーまたはコポリマーなどの増粘剤を含む液体またはゲルを用いることもできる。

本発明は、また毛髪にウェーブをかける方法をも目的とし、この方法では上記で規定したような

還元組成物を、径4～20mmのロールに予め湿らせて巻いた毛髪に適用する。この組成物は、場合により、髪を巻いたらすぐに適用される。次いで、5～60分、好ましくは5～30分間該組成物を反応させ、次いで十分に洗い、その後巻かれた毛髪にケラチンのジスルフィド結合を再生し得る酸化組成物を適用し、2～10分間これに曝露する。ロールをはずした後、髪を十分に洗う。

この酸化組成物または酸化剤は一般に用いられている型のものであり、かつ過酸化水素水、臭化アルカリ、過酸塩または臭化アルカリと過酸塩を、酸化剤として含む。過酸化水素水の濃度は3～10容、臭化アルカリの濃度および過酸塩の濃度はこの酸化組成物全重量の2～12%および0.1～15%であり得る。

同様に、本発明は髪のカールを除去または縮れをとる方法をも目的とし、そこでは本発明の還元組成物を髪に適用し、次いでこの髪に、大きな歯の櫛で、櫛の背部であるいは手で髪をなめらかにする操作によって、髪に新しい形状を設定できる

機械的変形を与える。5～60分、特に5～30分の曝露時間の後、改めてなめらかにし、次いでていねいに洗髪し、次いで酸化組成物または固定剤(fixatrice)を適用し、約2～10分間反応させ、更に髪を十分に洗う。

以下に例示の目的で、かつ本発明を限定する目的でなしに、複数のN-(メルカプトアルキル)-ω-ヒドロキシアルキルアミドおよびそのジスルフィドの調製例および複数のこれらを含む組成物を与える。

実施例1: 4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-ブチルアミドの調製

a) システアミンを出発物質とする80℃での反応

反応器内で、15.2gのシステアミンと15ccのγ-ブチロラクトンとの混合物を、約80℃にて5時間、不活性雰囲気下で反応させた。γ-ブチロラクトンの消費を気相クロマトグラフィー(C. P. V.)で追跡した。

γ-ブチロラクトンが最早反応混合物中に検出されなくなったら、該反応混合物を、10gのス

ルフォン酸樹脂“ダウエックス(Dowex)50”

(部分的に水和(45%)した)および反応中に形成される少量のジスルフィドを還元するための亜鉛末5gを含む水100cc中に注いだ。この全体を周囲温度にて2時間反応させ、次いで不活性雰囲気下で濾過した。完全に無色の水性溶液を得た。この溶液を減圧下にて蒸発させて25gの4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)-ブチルアミドを得た。

このものは常温で無色の液体である。

¹H-NMR(80MHz)スペクトルで予想される構造を確認する。

酸性媒質中でのチオールの量は95%であり、元素分析は部分的に水和された生成物に対応する(C₈H₁₇NO₂S·½H₂O)。

計算値 C:41.84 H:8.19 N:8.13 O:23.22 S:18.62

実測値 41.59 7.83 8.56 22.84 18.85

b) システアミンを出発物質とする周囲温度での反応

球形フラスコ内で、7.72gのシステアミンと

8.61gの γ -ブチロラクトンとを不活性雰囲気下で混合する。かくして得た混合物を10時間周囲温度にて反応させる。初めペースト状であった反応系は徐々に均一になり透明で比較的流動性の液体を与える。この段階で γ -ブチロラクトンが完全に転化されたことがC.P.V.で立証され、またシステアミンの転化は過塩素酸による用量決定により確認した。

かくして15gの4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)ブチルアミドを得た。

c) システアミンの塩酸塩を出発物質とする反応

反応器に、周囲温度にて不活性雰囲気下で、11.4gのシステアミン塩酸塩を導入し、また攪拌しつつ13.5ccのトリエタノールアミンを滴下した。約60℃の得られた混合物に、徐々に7.7ccの γ -ブチロラクトンを加える。全体を添加した後、温度を90℃とし、この温度で3時間保つ。この終了時点で γ -ブチロラクトンは完全に転化されている(C.P.V.により確認)。かくして、32gの4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)ブチルアミドを得た。

250gの4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)ブチルアミドを得た。

実施例II: 5-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)バレロアミドの調製

不活性雰囲気下で攪拌された、5gのシステアミンと6.05ccの γ -バレロラクトンとの混合物を約60~70℃の温度にて15時間保つ。 γ -バレロラクトンの消失をC.P.V.で追跡する。この反応混合物を100ccの水中に注ぎ、これに10gの酸型樹脂ダウエックス(Dowex)50および3gの亜鉛末を加える。得られた混合物を周囲温度にて4時間攪拌し、次いで一晩放置する。翌日、濾過し、減圧下で水を蒸発させる。

8gの5-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)バレロアミドを無色液体として得た。その¹H-NMR、並びにチオールおよび残留アミンの濃度決定により予想される構造を確認した。

実施例III: 6-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)カブロンアミドの調製

不活性雰囲気下で、5gのシステアミンと7.2

ル)ブチルアミドを得た。これは等量の、不活性雰囲気下でペースト状白色固体のトリエタノールアミン塩酸塩を含む。

濃度決定は予想される混合物に対応していた。

d) システアミン塩酸塩を出発物質とする反応、形成されるトリエタノールアミン塩酸塩の除去

機械的攪拌手段を備えた反応器に、228gのシステアミン塩酸塩(アルゴン雰囲気下に置かれている)を導入し、次いで攪拌しつつ270ccのトリエタノールアミンを約1時間30分間に亘り滴下する。このペースト状の反応系を、次いで60℃にし、この温度にて155ccの γ -ブチロラクトンを滴下する。この滴下の後、全体を80℃に8時間保つ。その終了時点において全 γ -ブチロラクトンは転化されている。次に、350ccの乾燥エタノールを加え、60℃にて30分攪拌する。

この混合物を15℃まで冷却し、トリエタノールアミン塩酸塩を分離させる。濾液を減圧下にて濃縮してエタノールを除く。

ccの ϵ -カプロラクトンとの混合物を周囲温度にて6時間攪拌した。一晩放置し、次いで該混合物を約60℃にて4時間保つ。その終了時点で、全 ϵ -カプロラクトンは転化されている。次に、この混合物を、10gの酸型樹脂ダウエックス50と3gの亜鉛末とを加えた100ccの水に注ぎ込み、全体を周囲温度にて4時間攪拌する。次に減圧下で水を除去し、周囲温度にて粘稠な液体として10gの6-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)カブロンアミドを得た。その予想される構造は¹H-NMRスペクトルおよびチオール並びに残留アミンの濃度測定に対応していた。

実施例IV: ビス(N-エチル-4-ヒドロキシブチルアミン)ジスルフィドの調製

第1の方法

20gの4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)ブチルアミドを300ccの無水エタノールに溶した溶液を、20ccのトリエチルアミンの存在下で48時間攪拌した。その終了時点で該チオールは対応するジスルフィドに転化される。

溶媒およびトリエチルアミンを真空蒸発により除去する。

得られるペースト状生成物は塩化メチレン中で攪拌することにより分離し、これを分割し、次いで200 mlのアセトニトリル中で再結晶させる。

かくして、15 gのビス(N-エチル-4-ヒドロキシブチルアミド)ジスルフィドを、融点102℃の白色結晶として得た。

元素分析: $C_{12}H_{24}N_2O_4S_2$

計算値: C:44.42 H:7.47 N:8.64 O:19.72 S:19.76

実測値: 44.55 7.51 8.47 20.02 19.67

第2の方法

反応器内に、周囲温度にて連続的に11.26 g (0.05モル)のシステアミン塩酸塩、14.92 g (0.1モル)のトリエタノールアミン、8.61 g (0.1モル)のγ-ブチロラクトンおよび最後に20 mlの無水エタノールを導入する。かくして得た混合物を80℃にて4時間保つ。

この反応系を焼結ガラス上で濾過した。得られる固体と濾液とを別々に処理する。

該固体を沸騰アセトニトリル75 mlに溶かす。

不溶物を濾過により除き、該濾液を冷却して、8.3 gの白色固体とする。

該濾液を蒸発乾固し、次いで沸騰アセトニトリル30 mlに溶かす。不溶物を焼結ガラスで分離し、濾液は冷却により24 gの白色固体を与える。

全体で10.7 gのビス(N-エチル-4-ヒドロキシブチルアミド)ジスルフィドを得、その融点は99-100℃であった。

80 MHzの¹H NMRスペクトルは予想される構造を確認している。

上記同様の操作に従って、ビス(N-エチル-5-ヒドロキシバレロアミド)ジスルフィド、ビス(N-エチル-6-ヒドロキシカプロンアミド)ジスルフィド、ビス(N-エチル-3-ヒドロキシプロピオンアミド)ジスルフィド、ビス(N-プロピル-4-ヒドロキシブチルアミド)ジスルフィドおよびビス(N-プロピル-6-ヒドロキシカプロンアミド)ジスルフィドを同様に生成した。

実施例V: ビス(N-エチル-5-ヒドロキシバレロアミド)ジスルフィドの調製

1.77 g (0.1モル)の5-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)バレロアミドを20 mlの無水アルコールに溶かした溶液を+5℃に冷却し、これに4.6 ml (0.045モル)の30%過酸化水素水を滴添する。

周囲温度に戻しつつ1時間攪拌を続ける。チオール量は負である。反応媒質を減圧下で蒸発乾固する。周囲温度にて真空下で乾燥した後、1.5 gのビス(N-エチル-5-ヒドロキシバレロアミド)ジスルフィドを得た。これは徐々にろう状白色固体として結晶化する。

その¹H NMRスペクトル(80 MHz)は予想される構造を立証している。

実施例VI: ビス(N-エチル-6-ヒドロキシカプロンアミド)ジスルフィドの調製

1.92 g (0.1モル)の6-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)カプロンアミドを20 mlのエタノールに溶かした溶液を+5℃に冷却し、

攪拌下に5.0 ml (0.049モル)の30%過酸化水素水を滴添した。周囲温度にて2時間攪拌した後(チオールテストは負)、この溶液を濾紙を通して濾過して清浄にし、次いで減圧下で蒸発乾固する。周囲温度にて真空下で乾燥した後、1.7 gのビス(N-エチル-6-ヒドロキシカプロンアミド)ジスルフィドを淡黄色濃厚ゲルとして得た。

80 MHzの¹H NMRスペクトルは予想される構造を確認した。

組成物の例

I. 本発明により、以下の成分を混合して毛髪の永続的変形用還元組成物を調製した。

○ 4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル)ブチルアミド	9 g
○ pHを9とするのに必要な量のアンモニア	
○ 香料	0.1 g
○ 保存剤	0.5 g
○ 脱イオン水	ad 100 g

この組成物を、ウェーブを付すためにロール

に巻いて予め湿润させた毛髪に適用した。この組成物を約15分間作用させた後、水で十分に洗い、次いで以下の酸化組成物を適用した。

- 過酸化水素水 (qsp : 十分量) 8 容
- 安定剤 0.3 g
- 香料 0.1 g
- 乳酸 pHを3にするのに十分な量
- 脱イオン水 ad. 100 g

この酸化組成物を約10分間作用させた後、該ロールをはずし、髪を水で十分にすすいだ。

乾燥後かぶとの頂飾形の毛髪は良好な巻き毛であった。

本例において、該還元組成物は、以下の還元組成物で有利に代用される。

- A) ○ 4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル) ブチルアミド 12 g
- モノエタノールアミン
- pHを9とするのに必要な量
- 香料 0.1 g
- 保存剤 0.5 g

- ビス (N-エチル-4-ヒドロキシブチルアミド) ジスルフィド 17.5 g
- 尿素 8 g
- 香料 0.1 g
- 保存剤 0.5 g
- アンモニア pHを9.5とするに要する量
- 水 ad. 100 g

この溶液を、ウェーブを与えるためにロール巻きし、予め湿らせた毛髪に適用した。約20分放置し、次いで該ロールをはずし、髪を水で十分に洗った。

乾燥後、かぶとの頂飾形にした髪は良好なウェーブを有していた。

- 脱イオン水 ad. 100 g
- B) ○ 5-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル) パレロアミド 10 g

- モノエタノールアミン
- pHを8.5とするのに必要な量

- 香料 0.1 g
- 保存剤 0.5 g
- 脱イオン水 ad. 100 g
- C) ○ 6-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル) カプロンアミド 7 g
- アンモニア pHを8.5とするに要する量
- 香料 0.1 g
- 保存剤 0.5 g
- 脱イオン水 ad. 100 g

II. 本発明に従って、以下の化合物を混合することにより“自己-中和剤”と呼ばれるパーマ用組成物を調製した。

- 4-ヒドロキシ-N-(2-メルカプトエチル) ブチルアミド 6.3 g

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☒ **BLACK BORDERS**

☐ **IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES**

☐ **FADED TEXT OR DRAWING**

☐ **BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING**

☐ **SKEWED/SLANTED IMAGES**

☒ **COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS**

☐ **GRAY SCALE DOCUMENTS**

☐ **LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT**

☐ **REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY**

☐ **OTHER:** _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.